

ULTRA-LOW-CARBON CRYSTAL GROWING APPARATUS AND PRODUCTION SILICON SINGLE CRYSTAL

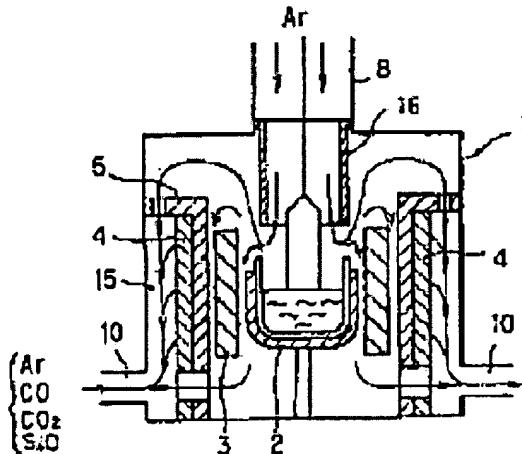
Patent number: JP5319976
Publication date: 1993-12-03
Inventor: SUZUKI RINTAROU; others: 01
Applicant: FUJITSU LTD
Classification:
 - **international:** C30B15/00; H01L21/208
 - **european:**
Application number: JP19920243860 19920914
Priority number(s):

[Report a data error](#)

Abstract of JP5319976

PURPOSE: To obtain a silicon single crystal with reduced carbon content by growing a crystal from its melt while heating a crucible by a heater and bringing a carbon-contg. gas generated from a thermal insulating material to outlets to prevent the gas from being allowed to flow into a growing chamber.

CONSTITUTION: A crucible 2 and a heater 3 are placed in a crystal growing chamber 1 and a thermal insulating material 4 consisting of inorganic fibers are provided around the chamber; the resulting assembly is put into a refractory member 5. Gas outlets 10 are provided at both lower ends of the wall of the chamber 1, and a carbon-contg. gas generated from the thermal insulating material 4 is forcedly brought, via a gas passage 15, to the outlets 10 to prevent the gas from being allowed to flow into the chamber 1. And, owing to a trimmed flow of an Ar gas stream through a purge tube 16 toward the melt surface, the CO₂ and SiO produced can quickly be discharged. With this system, the crucible 2 is charged with a Si polycrystal material which is then heated and melted. A seed crystal is then immersed in the melt 6 and continuously pulled up while rotating, thus obtaining the objective Si single crystal 7 with reduced carbon content.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-319976

(43)公開日 平成5年(1993)12月3日

(51)Int.Cl.⁵

C 30 B 15/00
H 01 L 21/208

識別記号 庁内整理番号

Z
P 9277-4M

F I

技術表示箇所

(21)出願番号 特願平4-243860

(22)出願日 平成4年(1992)9月14日

(31)優先権主張番号 特願平4-64025

(32)優先日 平4(1992)3月19日

(33)優先権主張国 日本 (JP)

(71)出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

(72)発明者 鈴木 隆太郎

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(72)発明者 福田 哲生

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(74)代理人 弁理士 井桁 貞一

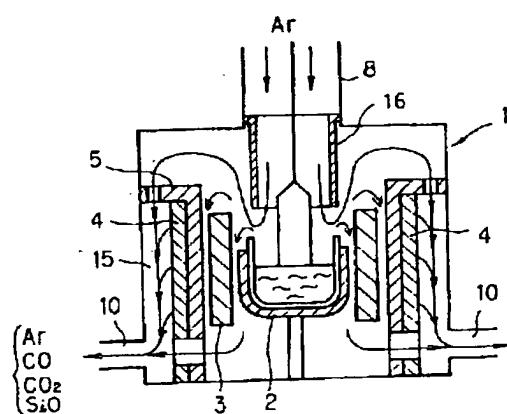
(54)【発明の名称】 超低炭素結晶成長装置及びシリコン単結晶の製造方法

(57)【要約】

【目的】 チョクラルスキー法結晶成長装置に関し、低炭素濃度のシリコン結晶成長装置を提供することを目的とする。

【構成】 結晶成長室(1)内に結晶融液用るつぼ(2)を有し、るつぼ(2)を加熱するヒータ(3)を配し、結晶成長室(1)内壁に断熱材(4)を配してなるチョクラルスキー法による結晶成長装置において、断熱材(4)が無機纖維からなり、耐火部材(5)に収容されて結晶室(1)内壁に取付けており、耐火部材(5)に開口部を設けると共に断熱材(4)背面の結晶成長室(1)壁にガス排出口(10)を配し、よって断熱材(4)から発生する炭素含有ガスを強制的にガス排出口(10)へ導き、炭素含有ガスの成長室(1)内への流入を防止する構造を有する。

本発明による結晶成長装置の模式断面図



【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶成長室(1)内に結晶融液用るつぼ(2)を有し、該るつぼ(2)を加熱するヒータ(3)を配し、結晶成長室(1)内壁に断熱材(4)を配して成るチョクラルスキー法による結晶成長装置において、該断熱材(4)が無機繊維からなり、耐火部材(5)に収容されて結晶成長室(1)内壁に取付けており、該耐火部材(5)に開口部を設けると共に該断熱材(4)背面の結晶成長室(1)壁にガス排出口(10)を配し、よって該断熱材(4)から発生する炭素含有ガスを強制的に該ガス排出口(10)へ導き、該炭素含有ガスの成長室内(1)への流入を防止する構造を有する結晶成長装置。

【請求項2】 結晶成長室(1)内に結晶融液用るつぼ(2)を有し、該るつぼ(2)を加熱するヒータ(3)を配し、結晶成長室(1)内壁に断熱材(4)を配して成るチョクラルスキー法による結晶成長装置において、該断熱材(4)が無機繊維からなり、耐火部材(5)に収容されて結晶成長室(1)内壁に密着して取付けており、該耐火部材(5)の上方に表出する該結晶成長室(1)壁及び該耐火部材(5)の下方に表出する該結晶成長室(1)底壁にガス排出口(10)を配し、よって該断熱材(4)から発生する炭素含有ガスを強制的にガス排出口(10)へ導き、該炭素含有ガスの成長室(1)内への流入を防止する構造を有する結晶成長装置。

【請求項3】 請求項1又は請求項2の構造を有し、且つ、結晶成長装置室内に露出する炭素材表面の全部又は一部をSiC又はTiC又はNbC又はTaC又はZrC又はBNでコーティングしたことを特徴とする結晶成長装置。

【請求項4】 請求項1又は請求項2の構造を有し、且つ、成長している結晶の外側を覆うと共に成長炉内のバージガスを融液自由表面に向けて流すバージ・チューブ(16)を設けたことを特徴とする結晶成長装置。

【請求項5】 請求項1又は請求項2の構造を有し、且つ、結晶成長装置室内に露出する炭素材表面の全部又は一部をSiC又はTiC又はNbC又はTaC又はZrC又はBNでコーティングし、且つ、成長している結晶の外側を覆うと共に成長炉内のバージガスを融液自由表面に向けて流すバージ・チューブ(16)を設けたことを特徴とする結晶成長装置。

【請求項6】 結晶成長室(1)内に結晶融液用るつぼ(2)と、該るつぼ(2)を加熱するヒータ(3)とを配し、該結晶成長室(1)内壁に断熱材(4)を配してなるチョクラルスキー結晶成長装置を用いてするシリコン単結晶の製造方法において、無機繊維からなる該断熱材(4)の上部に位置し、該結晶成長室(1)壁又は該断熱材(4)を収容して該結晶成長室(1)内壁に取付けられた耐火部材(5)の何れかに開設されたガス排出

□(10)とを設け、該ヒータ(3)により該るつぼ(2)を加熱し、該断熱材(4)から発生する炭素含有ガスを強制的に該ガス排出口(10)に導いて該炭素含有ガスの該るつぼ(2)内への流入を防止しつつ、該るつぼ(2)内の結晶融液から超低炭素の結晶を成長することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はチョクラルスキー法(CZ法)による結晶成長装置に係り、より詳しく述べると、CZ法による結晶成長過程において該結晶に取り込まれる炭素を從来濃度の1/5以下に低減可能なCZ法による結晶成長装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来の一般的なCZ法結晶成長装置の例を図9に示す。成長室1の中央にカーボン製るつぼ2、これを取り囲んでカーボンヒータ3があり、かつ成長室1の内壁に断熱材4を配している。断熱材4は炭素繊維からなりカーボン部材5に収容して内壁面に取付けられ20ている。

【0003】るつぼ2内のシリコンを加熱して溶融し、種結晶1を融液6中から引き上げて単結晶7を得る。この間、Ar等の不活性ガスをガス導入口8から成長室1内へ導入し、かつ真空ポンプ9にてガス排出口10から排出する。ガス排出口10は炉の床面内に1~2箇所設けられている。なお、図中、るつぼ2を含むヒータ3及びその内部は高温になるのでホットゾーンと呼ばれる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】超LSIの高性能化と低価格化が、基板となるシリコンウエーハの低欠陥密度化、大口径化をますます要求することは周知の事実である。

【0005】代表的な超LSIであるDRAMの特性は、そのリフレッシュ時間の長さで与えられる。リフレッシュ時間は、DRAM中のコンデンサーが電荷を蓄積できる時間に比例する。もしシリコン結晶中に析出物(酸素原子の集合体なので酸素析出物とも呼ばれる)が存在すると、蓄積すべき電荷が析出物を介してDRAMセルから逃げてしまうので、電荷の保持時間が短くなり40リフレッシュ時間も短時間になる。これはリフレッシュ不良を引き起す。一方析出物は再結合中心になるので結晶のライフタイムを低下させる。すなわちライフタイムの長い結晶を用いて作ったDRAMは、リフレッシュ時間も長くなり高品質のDRAMとなる。著者たちは結晶中の炭素が酸素析出物の形成を促進すること(後述)に着目し、炭素濃度とライフタイムの関係を調べ図6に示すように低炭素結晶ほどライフタイムが向上することを明らかにした。以上のように、超LSIの性能向上させるには低炭素濃度結晶を用いなければならない。

【0006】ウエーハの大口径化は、熱処理プロセスに50

においてウエーハに作用する熱応力の増大をもたらす。熱応力がウエーハ（結晶）の降伏応力を上回ると多数の転位が導入され、ウエーハの反りが増大しリソグラフィと続く処理が困難になることはよく知られている。

【0007】超LSIの製造プロセスにおいては多くの熱処理プロセスがあり、そのためウエーハ内には自然に析出物が形成される。析出物が結晶内に形成されると、降伏応力が低下することは報告されている。また析出物が結晶内に形成されるとウエーハの反りが増大することも報告されている。従って今後大口径化が進んで熱応力がますます増大することを考えると、析出物密度を低減して降伏応力の低下を防ぎ熱応力に強い即ち反りにくい結晶を開発しなければならない。

【0008】析出物の密度は、点欠陥や炭素の濃度に依存する。本発明者らは、図7に示すように結晶を1290°Cから急冷して点欠陥を導入すると酸素析出物の形成が促進されることを明らかにした。図7の横軸は冷却速度を表し、この冷却速度が大きいほど点欠陥濃度が高いと考えられている。縦軸は析出した酸素量を表し、この量が多いほど酸素析出物密度が高い。即ち図7は点欠陥が多いほど酸素析出が起こりやすいことを示すと考えられる。しかしながら通常の熱プロセスにおいてはウエーハの冷却速度は30°C/min以下であるので、点欠陥濃度が析出物密度を決定しているとは考えられない。また結晶成長時においても結晶は冷却されながら成長するが、通常の成長速度では（～1mm/min）冷却速度はやはり30°C/min以下である。

【0009】本発明者らが炭素濃度と酸素析出物密度の関係を調べたところ、図8に示すように両者はほぼ比例関係にあった。図8は、従来の結晶（炭素濃度～ $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ ）および炭素をドープした結果（炭素濃度 $10^{16} \sim 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ ）を800°Cで100時間熱処理した後、酸素析出物密度を測定した結果である。析出物密度は明らかに炭素濃度に依存して高くなっている。

【0010】以上から、シリコンウエーハの低欠陥密度化、大口径化のためには、結晶中の炭素を除去することが必要になることが判明したので、結晶中の炭素を低減するための結晶成長装置を提供することが、本発明の目的である。

【0011】

【課題を解決するための手段】図1は本発明の結晶成長装置の模式断面、図10は本発明によるたの結晶成長装置の模式断面図である。

【0012】本発明は、上記目的を達成するために、図1及び図10を参照して、結晶成長室1内に結晶融液用るつぼ2を有し、該るつぼ2を加熱するヒータ3を配し、結晶成長室1内壁に断熱材4を配して成るチョクラルスキ法による結晶成長装置において、該断熱材4が無機繊維からなり、耐火部材5に収容されて結晶成長室1内壁に取付けており、該耐火部材5に開口部を設ける

と共に該断熱材4背面の結晶成長室1壁にガス排出口10を配し、よって該断熱材4から発生する炭素含有ガスを強制的に該ガス排出口10へ導き、該炭素含有ガスの成長室内1への流入を防止する構造を有する結晶成長装置、又は、結晶成長室1内に結晶融液用るつぼ2を有し、該るつぼ2を加熱するヒータ3を配し、結晶成長室（1）内壁に断熱材4を配して成るチョクラルスキ法による結晶成長装置において、該断熱材4が無機繊維からなり、耐火部材5に収容されて結晶成長室1内壁に密着して取付けており、該耐火部材5の上方に表出する該結晶成長室1壁及び該耐火部材5の下方に表出する該結晶成長室1底壁にガス排出口10を配し、よって該断熱材4から発生する炭素含有ガスを強制的にガス排出口10へ導き、該炭素含有ガスの成長室1内への流入を防止する構造を有する結晶成長装置、又は、上記2つの結晶成長装置の構造を有し、且つ、結晶成長装置室内に露出する炭素材表面の全部又は一部をSiC又はTiC又はNbC又はTaC又はZrC又はBNでコーティングしたことを特徴とする結晶成長装置、又は、前記2つの結晶成長装置の構造を有し、且つ、成長している結晶の外側を覆うと共に成長炉内のバージガスを融液自由表面に向けて流すバージ・チューブ16を設けたことを特徴とする結晶成長装置、又は、前記2つの結晶成長装置の構造を有し、且つ、結晶成長装置室内に露出する炭素材表面の全部又は一部をSiC又はTiC又はNbC又はTaC又はZrC又はBNでコーティングし、且つ、成長している結晶の外側を覆うと共に成長炉内のバージガスを融液自由表面に向けて流すバージ・チューブ16を設けたことを特徴とする結晶成長装置、又は、結晶成長室1内に結晶融液用るつぼ2と、該るつぼ2を加熱するヒータ3とを配し、該結晶成長室1内壁に断熱材4を配してなるチョクラルスキ結晶成長装置を用いてするシリコン単結晶の製造方法において、無機繊維からなる該断熱材4の上部に位置し、該結晶成長室1壁又は該断熱材4を収容して該結晶成長室1内壁に取付けられた耐火部材5の何れかに開設されたガス排出口10とを設け、該ヒータ3により該るつぼ2を加熱し、該断熱材4から発生する炭素含有ガスを強制的に該ガス排出口10に導いて該炭素含有ガスの該るつぼ2内への流入を防止しつつ、該るつぼ2内の結晶融液から超低炭素の結晶を成長することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法を提供する。

【0013】

【実施例】図1に本発明の結晶成長装置の模式断面を示す。従来の装置と同じ部材は図9と同じ参考数字を付した。この装置は従来の装置と比較して次の特徴がある。

【0014】① 断熱材は炉壁に接触させず、通気路15を設けてある。

② ホットゾーンの表面はその素材であるカーボンが剥き出しにならないように、シリコン・カーバイド（Si

C) またはチタニウム・カーバイド (TiC) またはニオビウム・カーバイド (NbC) またはタンタリウム・カーバイド (TaC) またはジルコニウム・カーバイド (ZrC) またはボロン・ナイトライド (BN) でコーティングしてある。

【0015】③ 成長している結晶の外側を覆うと共に成長炉内のバージガスを融液自由表面に向けて流すバージ・チューブ16を設けてある。

④ 真空ポンプへの排出口10は炉壁に設け少なくとも2箇所以上から排気する。ただし、排出口の位置は図2(1), (2), (3)に示したように炉の上部から見た場合角度 α が $2\pi/n$ (n: 排気孔の数)で表されるようにし、かつ2箇所以上の排出口の各々における吸引力が同じになるように真空配管系を設計する。

【0016】まずCZ成長において結晶に炭素が取り込まれるメカニズムを説明し、次に本発明がいかにして炭素濃度の低減を可能にするかを述べる。成長炉内にはかなりの酸素が存在する。その大部分は融液から蒸発するSiOである。この他リークによる酸素、アルゴンに含まれる酸素が微量存在する。これらの酸素はカーボンと反応してCO, CO₂を発生する。

【0017】C + nO → CO_n (n = 1, 2)

次にCO, CO₂は融液に取り込まれ成長界面に到達し結晶に混入する。従って結晶の炭素濃度を低減するには、次の2つの方法がある。

【0018】(A) 発生したCO_nが融液に取り込まれないうちに排気する。

(B) カーボンを酸素から隔離し、CO_nの発生を防ぐ。

本発明の主要な特徴は(A)である。ヒーターと炉壁の間には断熱材がセットされているが、これは炭素繊維と呼ばれる素材で作られているので無数の空隙がありコーティングすることは不可能である。従ってCO_nの発生を抑制できない。そこで図1に示したように、真空ポンプの吸引力を利用してCO_nが融液に取り込まれないうちに排気する方法をとる。このために断熱材と炉壁の間にアルゴンガスの通気路を設け、アルゴンとともにCO_nを排気する。このとき注意しなければならない点は、排出口の位置は炉壁に設けることおよび図2に示したように排出口の数nは2以上で $\alpha = 2\pi/n$ なる角度であり、かつ吸引力はすべての排出口において同じにする点である。すなわち吸引力のバランスがくずれると、断熱材と炉壁に挟まれた通気路のCO_nが逆流して炉の上部に昇り融液に取り込まれる危険性が出てくるからである。従来炉(図9)では断熱材が炉壁に完全に接触しているために、断熱材から発生したCO_nが効率良く排気されず融液に取り込まれているものと考えられる。本発明の特徴(A)をさらに徹底するために、図1に示したバージ・チューブ16を用いるとCO_nの排気が一層加速され炭素の低減により効果がある。バージ・チューブ

を用いた成長装置は、特開昭55-113695号公報、同55-140797号公報、同55-158197号公報、特公昭57-15076号公報等に述べられており今日では充分実用化されている。このバージ・チューブによってArガス流が融液表面に向けて整流される結果、該バージ・チューブの無い成長装置の場合より高速且つ高効率でSiOが排気されることは結晶メーカーの間で良く知られている。従って成長炉内で発生したCO_nもArやSiOと共に速やかに排気されることは容易に理解できる。なおバージ・チューブの材質は、SiC又はTiC又はNbC又はTaC又はZrC又はBNでコーティングした炭素材、又は、高温においても不純物発生の少ないタンゲステン(W)又はモリブデン(Mo)等の高融点金属が望ましい。

【0019】本発明の第2の特徴である(B)はカーボンをSiC, TiC, NbC, TaC, ZrC, BNなどでコーティングして行なう。図3は、これらのコーティング材を空気中で加熱したときの酸化速度である。例えば1000°Cでは、BNの酸化速度はカーボン(グラファイト)の値の1/10³程度、SiC, TiC, NbC, ZrCはさらに数分の1から1/10程度低い。従ってこれらのコーティング材は、カーボンから酸素を隔離する。

【0020】以上述べた本発明の改良、即ち、

- ・断熱材と炉壁の間にArの通気炉を設けること、又は、
- ・断熱材と炉壁の間にArの通気炉を設けること、且つ、カーボン・ホットゾーンをコーティングすること、又は、

- ・断熱材と炉壁の間にArの通気炉を設けること、且つ、バージ・チューブを設けること、又は、
- ・断熱材と炉壁の間にArの通気炉を設けること、且つ、カーボン・ホットゾーンをコーティングすること、且つ、バージ・チューブを設けること、

を行えば、成長炉内のCO_nの蒸気圧を従来炉内より低下させることが出来る。これは次に述べる事実から容易に結論される。

【0021】図4に、原料の多結晶シリコンとカーボン・ホットゾーンを全く使用しないゾーン溶融法(FZ)結晶の炭素濃度を、我々が分析した結果を示す(分析方法はこれまでと同様に放射化分析法である)。FZ結晶の固化率10%の部分の炭素濃度は $1.7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ で、多結晶シリコンの1/10であった。一方シリコン融液からの成長における炭素不純物の偏析係数は0.07~0.1である。従ってFZ結晶において成長の初期に固化した部分(固化率の小さな部分)の炭素濃度は、FZ成長炉の雰囲気からの汚染は全くなく単純に偏析のみによって決まる。これは、FZ炉がカーボン・ホットゾーンを全く使用しないことから当然の結果である。

【0022】ところが、図5に示したように本発明のうち断熱材と炉壁の間にArの通気炉を設けた改良を行うのみでも、CZ結晶の初期に固化した部分の炭素濃度は $4 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ であり、FZ結晶の同じ部分の濃度の1/4以下である。すなわち単純に偏析から予想される炭素濃度よりもさらに低い。この結果から、CZ成長においても炭素不純物の偏析が起こっているがそれ以外に新たな低炭素化のメカニズムが作用している、と結論される。後者のメカニズムとして、融液から炭素が蒸発していると考えるのが最も合理的である。なぜならば、融液中には石英るつぼから供給された酸素が多量に存在するので融液中の炭素はCO₂の形を取りやすいから、また結晶中からCO₂が直接雰囲気中に外拡散するとは考えられないからである。もし結晶中からCO₂が直接雰囲気中に外拡散すると仮定すると、FZ結晶においても偏析から予想される濃度以下に低炭素化されねばならない。FZ結晶においてこのような事実はないので、結晶中からCO₂が直接雰囲気中に外拡散するとは考えられない。以上から、融液から炭素が蒸発していると考えるのが最も合理的である。(FZ成長では、融液は他の物質と接触しないのできわめて高純度であるが、多結晶シリコンに含まれていた炭素が蒸発できないという欠点を持つと結論される)。従って、本発明のうち断熱材と炉壁の間にArの通気炉を設けた改良を行うのみでもCZ炉内のCO₂の蒸気圧を従来炉より低下させることができ、その結果融液からの炭素の蒸発が従来炉以上に促進されるため低炭素濃度の結晶を得ることができる。炭素蒸発の促進効果はバージ・チューブやコーティング・ホットゾーンを用いるとさらに強力になることは明らかである。

【0023】本発明の装置を用いる結晶成長方法は従来の装置を用いる場合と同じである。現在最も多く用いられている大きさのCZ型成長装置は、中の石英るつぼが16インチのものである。

【0024】まず石英るつぼに原料の多結晶シリコンを4.5kgチャージしヒーターによって加熱溶融する。次にあらかじめ準備した種結晶(単結晶)を融液表面に浸漬し、回転しながら連続的に引き上げることによって成長を行う。16インチ石英るつぼから成長させる結晶の直径は、6インチが標準的な大きさである。ここで注意しなければならないことは、コーティング・ホットゾーンを用いる場合その表面は機械的衝撃に弱く剥がれ易いので、成長の準備工程において他の部品と強く接触しないようにすることである。コーティングが剥がれるとカーボンがむき出しになり、CO₂が発生する。

【0025】図5に、従来炉で成長したシリコン結晶および本発明炉(ただし断熱材のみを改良した炉)で成長したシリコン結晶のそれぞれの炭素濃度分布を固化率に対して示す。両方とも分析方法は放射化分析である。検出限界は $2.5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ である。

【0026】従来結晶と比べて炭素濃度は全体的に約1/5に低減されており、本発明の有効性を実証している。バージ・チューブやコーティング・ホットゾーンを組み合わせればさらに低炭素濃度の結晶を成長できることは明らかである。コーティング・ホットゾーンの効果は、ガリウムヒ素の成長においてではあるがBNでカーボンをコーティングすることによって確認されている(T. Inada, T. Fujii, T. Kikuta and T. Fukuda, App. 1. Phys. Lett., 50 (1987) 143)。

【0027】また従来結晶では固化率の高い部分(例えば80%以上)は高炭素濃度のため、ULSI用としては用いることはできなかったが、本発明の炉で成長した結晶は従来結晶と比べて低炭素濃度であるため、固化率の高い部分(例えば80~95%)をもULSI用として利用可能である。故に成長における歩留まりが向上する。

【0028】図10は、本発明による他の結晶成長装置の模式断面図である。上述の本発明の結晶成長装置と同じ部材は図1と同じ参照数字を付した。この装置は従来の装置と比較して次の特徴がある。

【0029】① 断熱材4は炉壁に密着して設けられ、その間の通気を防止している。さらに、真空ポンプへのガス排出口10が炉の上部炉壁の断熱材4より高い位置に、及び、炉の底壁にそれぞれ設けられる。

【0030】② 炉壁に設ける真空ポンプへの排出口10は少なくとも2箇所以上とする。ただし、排出口10の位置は炉の上部から見た場合角度αが $2\pi/n$ (n:排気孔の数)で表されるようにし、かつ2箇所以上の排出口10の各々における吸引力が同じになるように真空配管系を設計する。

【0031】③ ホットゾーンの表面はその素材であるカーボンが剥き出しにならないように、シリコン・カーバイドまたはチタニウム・カーバイドまたはニオビウム・カーバイドまたはタンタリウム・カーバイドまたはジルコニウム・カーバイドまたはボロン・ナイトライドでコーティングしてある。

【0032】本実施例の主要な特徴は上部炉壁に設けた排出口10にある。ルツボから発生する酸素を含むアルゴンガスは、高温なため炉の上部に流入しやすい。従って、炉の上部に設けられた排出口10からアルゴンガスを排気することにより、高温のため炉の上部に流入し断熱材と接触してCO₂を含むこととなったアルゴンガスを、効果的に排出することができる。もちろん、排出口10の配列についての考慮、及び吸引力のバランスをとることは本発明の既述の装置と同じである。さらに注意を要することは、炉上部からの排気相互のバランスの他、炉上部からの排気と炉の底部からの排気のバランスをとることである。このバランスが崩れると断熱材と接触してCO₂を含むアルゴンガスが炉中央に逆流して融液内に炭素が取り込まれる危険がある。かかるバランス

は、実験的に炉の構成に適した吸引力とすることによりなされる。なお、ホットゾーンを構成する炭素部材の表面をコーティングすることによりCO₂の発生を減少できることは既述の装置と同様である。

【0033】この本発明による他の成長装置を用いて成長したシリコン結晶は、既述の本発明による成長装置を用いて成長したシリコン結晶と同等の炭素濃度であった。また、ライフタイム、酸素析出に関する特性も同じであった。

【0034】本実施例ではCO₂を含むアルゴンガスを効果的に排気することができるとともに、融液表面から蒸発したSiO₂をも効率良く排気することができるので、結晶欠陥の少ないシリコン単結晶を製造することができる。

【0035】

【発明の効果】本発明によれば、チョクラルスキ法による結晶成長において結晶中の炭素濃度を低減した単結晶を成長することが可能になる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による結晶成長装置の模式断面図である。

【図2】本発明の結晶成長装置のガス排出口の配置を示す模式図である。

【図3】各種コーティング材の酸化速度を示す図である。

【図4】多結晶シリコンとFZ成長結晶の炭素濃度を示す図である。

【図5】本発明と従来の装置により成長した結晶中の炭素濃度を示す図である。

* す図である。

【図6】結晶のライフタイムと炭素濃度の関係を示す図である。

【図7】結晶の冷却速度と析出酸素量との関係を示す図である。

【図8】析出酸素量の炭素濃度依存性を示す図である。

【図9】従来のCZ法結晶成長装置を示す断面図である。

【図10】本発明による他の結晶成長装置の模式断面図である。

【符号の説明】

1…成長室(炉)

2…るつぼ

3…ヒータ

4…断熱材

5…耐火部材

6…融液

7…単結晶

8…ガス導入口

9…真空ポンプ

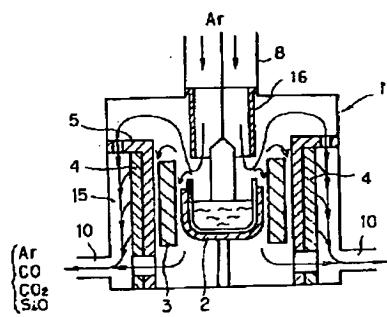
10…排出口

15…ガス通路

16…バージ・チューブ

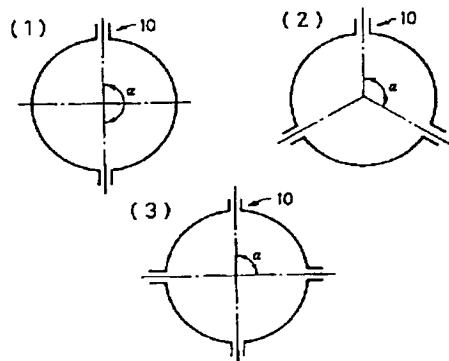
【図1】

本発明による結晶成長装置の模式断面図



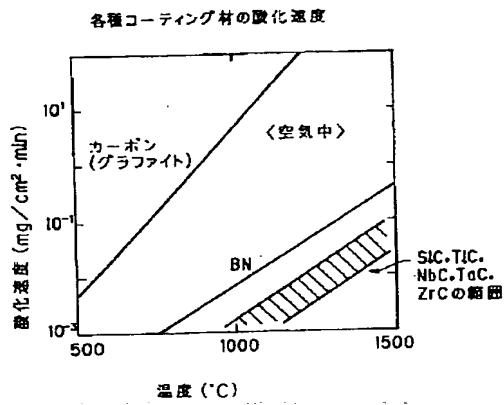
【図2】

本発明の結晶成長装置のガス排出口の配置を示す模式図



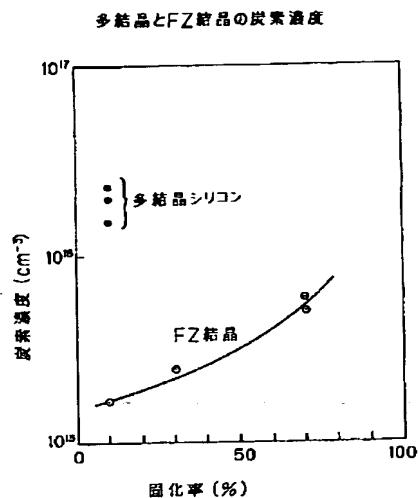
【図3】

各種コーティング材の酸化速度を示す図



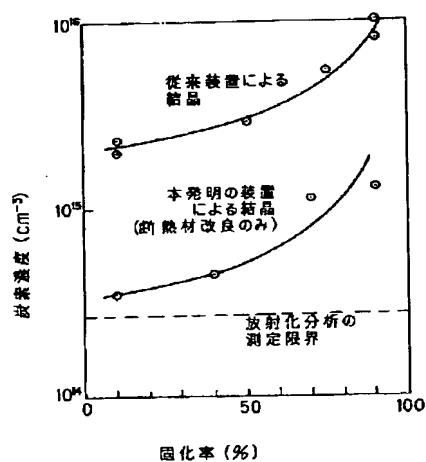
【図4】

多結晶シリコンとFZ成長結晶の炭素濃度を示す図



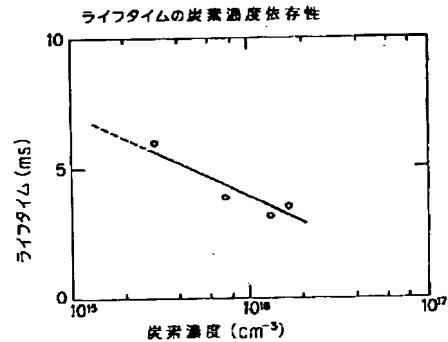
【図5】

本発明と従来の装置により成長した結晶中の炭素濃度を示す図



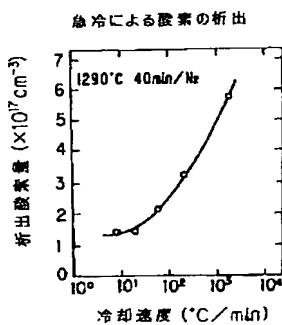
【図6】

結晶のライフタイムと炭素濃度の関係を示す図

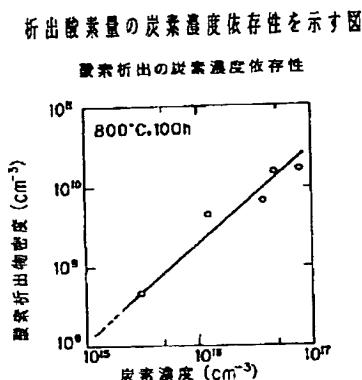


【図7】

結晶の冷却速度と析出酸素量との関係を示す図

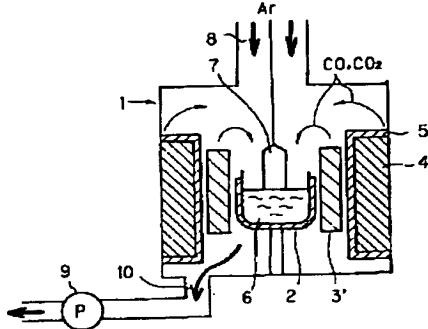


【図8】



【図9】

従来のCZ法結晶成長装置を示す断面図



【図10】

本発明による他の結晶成長装置の模式断面図

